

M/38212-US

9

(12)

=> d all

L2 ANSWER 1 OF 1 HCAPLUS COPYRIGHT 1999 ACS  
AN 1978:445328 HCAPLUS  
DN 89:45328  
TI Treatment of clay minerals  
IN Bell, David George; Gibson, Keith Richard  
PA English Clays Lovering Pochin and Co. Ltd., Engl.  
SO Ger. Offen., 28 pp.  
CODEN: GWXXBX  
DT Patent  
LA German  
IC C09C001-42  
CC 43-7 (Cellulose, Lignin, Paper, and Other Wood Products)  
Section cross-reference(s): 42

FAN.CNT 1

	PATENT NO.	KIND	DATE	APPLICATION NO.	DATE
PI	<u>DE 2745274</u>	A1	19780413	DE 1977-2745274	19771007 <--
	DE 2745274	C2	19920227		
	GB 1585122	A	19810225	GB 1976-41817	19761007
	CA 1090833	A1	19801202	CA 1977-287937	19771003
	FR 2367106	A1	19780505	FR 1977-30044	19771006
	FR 2367106	B1	19820430		
	US 4186027	A	19800129	US 1978-910294	19780530
PRAI	GB 1976-41817		19761007		
	US 1977-764380		19770131		

AB Bleaching aq. kaolin suspensions with Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>4</sub> gave pigment with improved whiteness for use in paper coating. Thus, 59.7% aq. suspension (viscosity 5200 cP) of clay bleached by Na<sub>2</sub>S<sub>2</sub>O<sub>4</sub> (light reflection intensity (I) against 458 nm wavelength 86.2) 100, oxystarch 14, and Ca stearate 0.5 part was applied on offset paper (base wt. 61 g/m<sup>2</sup>) at 12 g/m<sup>2</sup> coating wt., conditioned for 16 h at 23.degree. and 50% relative humidity, and calendered at 500 psi pressure and 65.degree. to give a specimen with 82.9

⑤1

Int. Cl. 2:

**C 09 C 1/42**

①9 **BUNDESREPUBLIK DEUTSCHLAND**

C 04 B 33/10

D 21 H 1/22

**DEUTSCHES PATENTAMT**



**DE 27 45 274 A 1**

①1

# **Offenlegungsschrift 27 45 274**

②1

Aktenzeichen:

P 27 45 274.0

②2

Anmeldetag:

7. 10. 77

④3

Offenlegungstag:

13. 4. 78

③0

Unionspriorität:

③2 ③3 ③1

7. 10. 76 Großbritannien 41817-76

⑤4

Bezeichnung:

Verfahren zum Behandeln von Tonmineralien

⑦1

Anmelder:

English Clays Lovering Pochin & Co. Ltd., St. Austell,  
Cornwall (Großbritannien)

⑦4

Vertreter:

Mitscherlich, H., Dipl.-Ing.; Gunschmann, K., Dipl.-Ing.;  
Körber, W., Dipl.-Ing. Dr. rer. nat.; Schmidt-Evers, J., Dipl.-Ing.;  
Pat.-Anwälte, 8000 München

⑦2

Erfinder:

Bell, David George; Gibson, Keith Richard; St. Austell,  
Cornwall (Großbritannien)

**DE 27 45 274 A 1**

Dipl.-Ing. H. MITSCHERLICH  
Dipl.-Ing. K. GUNSCHMANN  
Dr. rer. nat. W. KÖRBER  
Dipl.-Ing. J. SCHMIDT-EVERS  
PATENTANWÄLTE

D-3000 MÜNCHEN 22  
Steinsdorfstraße 10  
☎ (089) \* 29 66 84

2745274

7.10.1977

English Clays Lovering  
Pochin & Company Limited  
John Keay House  
St. Austell, Cornwall PL25 4DJ  
Großbritannien

#### Patentansprüche

1. Verfahren zur Behandlung eines Tonminerals der Kaolinitgruppe, dadurch gekennzeichnet, daß man eine fließfähige Suspension des Tonminerals in Wasser bildet mit der Maßgabe, daß die Suspension einen Feststoffgehalt von wenigstens 35 Gew.-% und ein  $p_H$  von über 5,5 aufweist und sie ein Dispergiermittel enthält, und man die das Dispergiermittel enthaltende fließfähige Suspension des Tons mit einem reduzierenden Bleichmittel solange behandelt, bis die gewünschte Verbesserung des Weißgrades des Tons erreicht ist.
2. Verfahren gemäß Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß das besagte Tonmineral aus einem kaolinit-artigen Ton besteht.
3. Verfahren gemäß den Ansprüchen 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß die fließfähige Suspension wenigstens 50 Gew.-% Feststoffe enthält.

809815/0825

ORIGINAL INSPECTED

4. Verfahren gemäß den Ansprüchen 1, 2 oder 3, dadurch gekennzeichnet, daß die fließfähige Suspension 60 bis 75 Gew.% Feststoffe enthält.
5. Verfahren gemäß Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß die fließfähige Suspension etwa 68 bis etwa 72 Gew.% Feststoffe enthält.
6. Verfahren gemäß jedem der Ansprüche 1 bis 5, dadurch gekennzeichnet, daß die fließfähige Suspension ein  $p_{\text{H}}$  von nicht über 11 aufweist.
7. Verfahren gemäß Anspruch 6, dadurch gekennzeichnet, daß das  $p_{\text{H}}$  der fließfähigen Suspension so eingestellt wird, daß es zwischen etwa 7 und 10 liegt.
8. Verfahren gemäß jedem der Ansprüche 1 bis 7, dadurch gekennzeichnet, daß die fließfähige Suspension 0,05 bis 0,6 Gew.% Dispergiermittel, bezogen auf das Trockengewicht des Tons, enthält.
9. Verfahren gemäß jedem der Ansprüche 1 bis 8, dadurch gekennzeichnet, daß das Dispergiermittel aus einem Gemisch aus einem wasserlöslichen kondensierten Phosphat und einem organischen polymeren Dispergiermittel besteht.
10. Verfahren gemäß Anspruch 9, dadurch gekennzeichnet, daß das besagte Dispergiermittel aus 2,5 bis 7 Gewichtsteilen des kondensierten Phosphats und 1 Gewichtsteil des organischen, polymeren Dispergiermittels besteht.
11. Verfahren gemäß jedem der Ansprüche 1 bis 10, dadurch gekennzeichnet, daß das Bleichmittel aus Natrium- oder Zinkdithionit besteht und es in einer Menge von etwa 1 bis 15 Pfund Bleichmittel pro t trockenem Ton verwendet wird.

12. Verfahren gemäß jedem der Ansprüche 1 bis 11, dadurch gekennzeichnet, daß die Tonsuspension mit einer Geschwindigkeit gerührt wird, die so hoch ist, daß ein Wirbel erzeugt wird, solange das Bleichmittel ihr zugesetzt wird, die Stärke des Rührens jedoch sofort nach Beendigung der Zugabe der Gesamtmenge des Bleichmittels so weit vermindert wird, daß der Wirbel zusammenfällt.
13. Verfahren gemäß jedem der Ansprüche 1 bis 12, dadurch gekennzeichnet, daß der fließfähigen Suspension eine Phosphationen-Quelle zugegeben wird.
14. Verfahren gemäß Anspruch 13, dadurch gekennzeichnet, daß die Phosphationen-Quelle der fließfähigen Suspension zugesetzt wird, nachdem die Zugabe des Bleichmittels beendet ist.
15. Verfahren gemäß jedem der Ansprüche 1 bis 14, dadurch gekennzeichnet, daß der fließfähigen Tonsuspension ein Salz zugesetzt wird, das ein Kation enthält, welches ein unlösliches Sulfat zu bilden vermag.
16. Verfahren gemäß Anspruch 15, dadurch gekennzeichnet, daß das zugesetzte Salz aus einem Bariumsalz besteht.
17. Verfahren gemäß den Ansprüchen 15 oder 16, soweit sie auf die Ansprüche 13 oder 14 rückbezogen sind, dadurch gekennzeichnet, daß das Salz, welches ein Kation enthält, das ein unlösliches Sulfat zu bilden vermag, der fließfähigen Suspension zugesetzt wird, nachdem die Phosphationen-Quelle mit den in Lösung befindlichen Ferro-Verbindungen vollständig reagiert hat.
18. Verfahren gemäß jedem der Ansprüche 1 bis 17, dadurch gekennzeichnet, daß die Tonsuspension, die mindestens 35 Gew. % Feststoffe enthält und ein  $p_{\text{H}}$  von über 5,5 aufweist, einer

Teilchengrößen-Klassierung zwecks Entfernung der groben Partikel unterworfen wird.

19. Verfahren gemäß Anspruch 18, dadurch gekennzeichnet, daß die Tonsuspension der Teilchengrößen-Klassierung unterworfen wird, bevor die Behandlung mit dem Bleichmittel durchgeführt wird.
20. Verfahren gemäß den Ansprüchen 18 oder 19, dadurch gekennzeichnet, daß die Tonsuspension auf einer Temperatur gehalten wird, die so hoch ist, daß die Viskosität der Suspension weniger als 2 Poisen beträgt, während sie der Teilchengrößen-Klassierung unterworfen wird.
21. Verfahren gemäß Anspruch 20, dadurch gekennzeichnet, daß die Tonsuspension auf einer Temperatur gehalten wird, die so hoch ist, daß die Viskosität der Tonsuspension weniger als 2 Poisen beträgt, indem man die Suspension entweder durch einen Wärmeaustauscher leitet oder Dampfschlangen oder elektrische Heizkörper in die Suspension taucht, oder man den Behälter, in dem sich die Tonsuspension befindet, erhitzt oder man Wasserdampf direkt in die Tonsuspension bläst.

Dipl.-Ing. H. MITSCHERLICH  
Dipl.-Ing. K. GUNSCHMANN  
Dr. rer. nat. W. KÖRBER  
Dipl.-Ing. J. SCHMIDT-EVERS  
PATENTANWÄLTE

D-3000 MÜNCHEN 22  
Steinsdorfstraße 10  
(089) 29 66 84

5

2745274

English Clays Lovering  
Pochin & Company Limited  
John Keay House  
St. Austell, Cornwall PL25 4DJ  
Großbritannien

#### Verfahren zur Behandlung von Tonmineralien

Die vorliegende Erfindung betrifft Tone und insbesondere ein Verfahren zur Behandlung von Tonmineralien der Kanditgruppe, d.h. von Kaolinit, Dickit, Nakrit und Halloysit.

Die meisten kaolinit-artigen Rohtone enthalten beispielsweise Verunreinigungen, welche die Eigenschaften des Tons als Füllstoffe für die Papierbeschichtung beeinträchtigen, und die wesentlichsten dieser Verunreinigungen sind grobe, als Schleifmittel wirkende Partikel (hierzu gehören auch Hartmineralien, wie Quarz) sowie Ferri-Ionen enthaltende Verbindungen, die dunkel gefärbt sind und die den Bruttoweißgrad oder die Reflexionsstärke des Tons gegenüber dem sichtbaren Licht herabsetzen. Es ist bekannt, daß die Wirkung dieser verfärbenden Verunreinigungen durch Behandeln des Tons mit einem Reduktionsmittel, welches die Ferriverbindungen zu der weniger stark gefärbten Ferro-Form zu reduzieren vermag, abgeschwächt werden kann.

Zu den in breitestem Umfang verwendeten Reduktionsmitteln gehören die Dithionite, wie Natrium- und Zink-dithionit, Alkaliborhydride, die in Gemeinschaft mit Alkalibisulfiten oder -pyrosulfiten verwendet werden, oder Sulphoxylate, die organische Verbindungen darstellen, welche durch Umsetzung eines Aldehyds, insbesondere Formaldehyd, mit Metallsalzen der Dithionigen Säure gebildet werden.

Bei einem konventionellen Verfahren zur Reduktion der Ferri-Ionen enthaltenden Verunreinigungen in einem Ton zum Ferro-Zustand wird der Ton zunächst in Wasser suspendiert, und das  $p_H$  der entstandenen Suspension wird so eingestellt, daß es zwischen etwa 2,5 und 5 liegt. Danach wird das Reduktionsmittel zugesetzt, und es bleibt mit der Tonsuspension in Kontakt, bis im wesentlichen die gesamten Ferriverbindungen, die der Einwirkung des Reduktionsmittels zugänglich sind (d.h. die nicht in das Ton-Kristallgitter eingebaut sind) zum Ferro-Zustand reduziert worden sind. Die Ferroverbindungen sind im allgemeinen sehr leicht löslich und sie gelangen so in das Wasser, in dem der Ton suspendiert ist. Dann wird das  $p_H$  der Suspension - sofern erforderlich - auf etwa 4,5 oder 5 eingestellt, und die Suspension wird durch Sedimentieren eingedickt und durch Filtrieren entwässert, und der so erhaltene Filterkuchen wird dann in der Wärme getrocknet. Bei einem  $p_H$  von etwa 2,5 bis 5 wird der Ton ausgeflockt (das bedeutet, daß die einzelnen Tonpartikelchen sowohl positive als auch negative elektrische Ladungen tragen, so daß sie sich gegenseitig anziehen und zusammenklumpen und Flocken bilden). In diesem Zustand hört eine Tonsuspension auf, fließfähig zu sein, wenn der Feststoffgehalt auf über etwa 40 Gew.% ansteigt, und der Prozeß des Bleichens oder der Reduktion der Ferri-Ionen enthaltenden Verunreinigungen im Ton wird in der Regel bei Feststoffgehalten von etwa 15 bis 30 Gew.% durchgeführt.



Leider weisen nur wenige kaolinit-artige Tone im Rohzustand einen solchen Typ einer Teilchengrößen-Verteilung auf, wie er für eine gute Papier-Pigmentbeschichtung benötigt wird, nämlich eine solche, daß zwischen 80 und 100 Gew.% der Partikel einen kugel-äquivalenten Durchmesser von unter  $2\text{ }\mu\text{m}$  aufweisen und nicht mehr als etwa 3 Gew.% einen kugel-äquivalenten Durchmesser von über  $10\text{ }\mu\text{m}$  besitzen. Um die gewünschte Teilchengrößen-Verteilung zu erzielen, ist es im allgemeinen erforderlich, eine oder mehrere Teilchengrößen-Klassierungen durchzuführen und zwar beispielsweise durch Sieben oder durch eine auf der Gravitation oder Zentrifugation beruhende differentielle Sedimentation. Um diese Operationen mit dem gewünschten technischen Erfolg durchzuführen, ist es wesentlich, daß der Ton in Form von diskreten Partikeln und nicht in Form von Flocken vorliegt, so daß die Partikel genau in die verschiedenen Teilchengrößen-Bereiche sortiert werden können. Die Tonpartikel müssen daher mit einem Entflockungsmittel oder Dispergiermittel behandelt werden (welche allen Partikeln die gleiche elektrische Ladung - für gewöhnlich eine negative elektrische Ladung - verleihen und dadurch bewirken, daß sie sich gegenseitig abstoßen). Im allgemeinen werden die Teilchengrößen-Klassierungen unter Verwendung von entflockten wässrigen Suspensionen durchgeführt, die Feststoffgehalte von etwa 20 Gew.% oder darunter aufweisen, und man hat es bislang nicht für praktisch realisierbar gehalten, daß man eine Teilchengrößen-Klassierung durchführen kann, und zwar insbesondere mit Hilfe von Operationen, welche die auf der Gravitation bzw. Zentrifugation beruhende Klassierung einer entflockten wässrigen Suspension mit Feststoffgehalten von über etwa 60 Gew.% ausnutzen.

Eine Papier-Pigmentbeschichtung wird in der Regel auf das Papier in Form einer entflockten wässrigen Suspension zusammen mit einem Leim aufgebracht. Die Suspension muß fließfähig genug sein, damit sie gleichmäßig auf die Oberfläche einer

Papierbahn verteilt werden kann, und sie darf danach nur die Mindestmenge an Wasser enthalten, da alles Wasser, das mit der Papierstreichmasse zugesetzt wird, wieder auf thermischem Wege verdampft werden muß, wenn das beschichtete Papier getrocknet wird, und Wärmeenergie ist bekanntlich teuer. Diese beiden technischen Erfordernisse kann man nur dann aufeinander abstimmen, wenn die Tonsuspension im entflockten Zustand vorliegt und nicht im ausgeflockten Zustand, und eine Tonsuspension wird normalerweise bei einem  $p_H$  von etwa 7 oder darüber entflockt.

Um daher ein Papierbeschichtungspigment von guter Qualität aus einem kaolinit-artigen Rohdon gewinnen zu können, ist es im allgemeinen erforderlich, eine oder mehrere Teilchengrößen-Klassierungen mit dem Ton im entflockten Zustand durchzuführen, den Ton dann auszuflocken und den Ton im ausgeflockten Zustand mit einem reduzierenden Bleichmittel zu behandeln, den Ton im ausgeflockten Zustand zu entwässern und schließlich eine entflockte Suspension für die Papierbeschichtung herzustellen. Natürlich würde es technisch vorteilhaft sein, wenn alle Prozeßstufen im entflockten Zustand durchgeführt werden könnten, doch hat man es bisher nicht für möglich gehalten, daß man kaolinit-artige Tone wirksam mit reduzierenden Bleichmitteln bei einem hohen  $p_H$  bleichen könnte. Im Rahmen der vorliegenden Erfindung ist nun die überraschende Entdeckung gemacht worden, daß ein reduzierender Bleichprozeß wirksam bei einem  $p_H$  von über 5,5 durchgeführt werden kann.

Durch die vorliegende Erfindung wird ein Verfahren zur Behandlung eines Tonminerals der Kaolinitgruppe, z.B. eines kaolinit-artigen Tons, verfügbar gemacht, welches darin besteht, daß man zunächst eine fließfähige Suspension des Tonminerals in Wasser bildet mit der Maßgabe, daß die Suspension einen Feststoffgehalt von wenigstens 35 Gew.% und ein  $p_H$  von über

5,5 aufweist und sie ein Dispergiermittel enthält, man dann die fließfähige und das Dispergiermittel enthaltende Suspension des Tons mit einem reduzierenden Bleichmittel solange behandelt, bis die erwünschte Verbesserung des Weißgrades des Tons erreicht ist.

Der Feststoffgehalt der Suspension beträgt vorzugsweise wenigstens 50 Gew.%, und er wird am besten so eingestellt, daß er zwischen etwa 60 und 75 Gew.% liegt, da ein solcher Gehalt eine Suspension ergibt, die fließfähig ist und leicht gepumpt werden kann und dennoch nicht die Förderung einer großen Wassermenge erfordert. Am empfehlenswertesten ist es, wenn der Feststoffgehalt der Tonsuspension auf etwa 68 bis etwa 72 Gew.% eingestellt wird, da dies in der Regel eine Suspension gewährleistet, die zum Transport in Tankwagen u. dgl. geeignet ist, weil sie noch genügend fließfähig ist, um pumpfähig zu sein, und dabei doch keine übermäßig große Menge Wasser enthält, was man nicht außer Betracht lassen darf, wenn man die Frachtkosten berücksichtigt. Das  $p_H$  der Suspension ist vorzugsweise nicht größer als 11 und wird im allgemeinen so eingestellt, daß es zwischen etwa 7 und 10 liegt, am besten zwischen etwa 7,5 und 9,5. Das verwendete Dispergiermittel kann z.B. ein wasserlösliches Salz eines kondensierten Phosphats sein, wie ein Pyrophosphat, Hexametaphosphat oder Tripolyphosphat, oder ein wasserlösliches Salz einer Polykieselsäure, z.B. Natrium-silikat, oder ein wasserlösliches, organisches, polymeres Dispergiermittel, z.B. ein Polyacrylat oder Polymethacrylat, das einen Zahlendurchschnitt des Molekulargewichts von etwa 500 bis etwa 10.000 aufweist, oder ein Mischpolymerisat des in der GB-PS 1 414 964 beschriebenen Typs, oder es kann ein Gemisch von 2 oder mehr der vorstehend genannten Materialien sein. Die Menge des Dispergiermittels, die Anwendung findet, kann im allgemeinen zwischen etwa 0,05 und etwa 0,6 Gew.% liegen, bezogen auf das Trockengewicht des Tons.

Ein besonders empfehlenswertes Dispergiermittel ist ein Gemisch aus einem wasserlöslichen kondensierten Phosphat und einem organischen, polymeren Dispergiermittel, z.B. einem solchen vom Typ eines Polyacrylats, Polymethacrylats oder eines der oben beschriebenen Mischpolymerisate. Die Gewichtsverhältnisse werden empfehlenswerterweise so gewählt, daß 2,5 bis 7 Gewichtsteile des kondensierten Phosphats auf ein Gewichtsteil des organischen, polymeren Dispergiermittels kommen. Ein besonders gut geeignetes Dispergiermittel ist das Gemisch aus etwa 5 Gewichtsteilen Tetranatriumpyrophosphat und 1 Gewichtsteil Natriumpolyacrylat, dessen Zahlendurchschnitt des Molekulargewichts etwa 1650 beträgt.

Bei der Behandlung mit dem reduzierenden Bleichmittel besteht das Bleichmittel vorzugsweise aus Natrium- oder Zink-dithionit, das empfehlenwerterweise in einer Menge von etwa 1 bis 15 Pfund Bleichmittel pro t trockenem Ton (0,4 bis 7,0 kg/t) zugesetzt wird. Die Suspension wird vorteilhafterweise zunächst so schnell gerührt, daß eine Wirbelbildung eintritt, während das Bleichmittel zugegeben wird, doch sowie der Zusatz des gesamten Bleichmittels beendet ist, wird die Rührgeschwindigkeit herabgesetzt, bis der Wirbel zusammenfällt, und sie wird etwa 30 Minuten lang in diesem Zustand gehalten. Dies dient dem Zweck, das Eindringen von Luft in die Suspension auf einem möglichst niedrigen Wert zu halten und hierdurch zu verhindern, daß die Wirksamkeit des reduzierenden Bleichmittels durch die Reaktion mit dem Sauerstoff der Luft herabgesetzt wird.

Da gemäß den bevorzugten Ausgestaltungen des erfindungsgemäßen Verfahrens die Tonsuspension nicht entwässert zu werden braucht, bleiben alle löslichen Verunreinigungen, die während der Bleichreaktion gebildet werden, in Gegenwart des Tons anwesend. Zu diesen löslichen Verunreinigungen gehören Ferrosalze, die - sofern sie der Luft ausgesetzt werden - zu der stärker gefärbten Ferriform rückoxydiert werden könnten. Es ist daher

empfehlenswert, die Ferroverbindungen in einer farblosen oder nur leicht gefärbten Form auszufällen. Aus diesem Grunde ist es vorteilhaft, zur Suspension eine Phosphationen-Quelle zuzugeben, zweckmäßigerweise in einer Menge von etwa 1 bis 20 Pfund Phosphationen-Quelle pro t trockenem Ton (0,4 bis 9,0 kg/t). Eine zweckentsprechende Phosphationen-Quelle ist Calciumorthophosphat, doch können auch viele andere lösliche oder unlösliche Phosphate verwendet werden, beispielsweise die Ammonium- und Alkalisalze von kondensierten Phosphaten und sekundäre und tertiäre Orthophosphate. Die Ferroverbindungen werden als Ferrophosphat ausgefällt, das hellfarbig ist, und beim Kontakt mit dem Sauerstoff in der Luft ist auch jedes Ferriphosphat, das gebildet wird, in seiner Farbe sehr hell. Es ist technisch vorteilhaft, die Tonsuspension mit dem reduzierenden Bleichmittel solange zu rühren, bis die Bleichreaktion vollständig abgelaufen ist, für gewöhnlich etwa 30 Minuten, ehe die Phosphationen-Quelle zugegeben wird. Die Phosphationen-Quelle wird mit der Suspension des gebleichten Tons zweckmäßig etwa 15 Minuten lang gerührt.

Während des Bleichens mit dem Dithionit wird das Dithionit unter Bildung des Sulfations oxydiert, das, wie gefunden wurde, eine schädliche Einwirkung auf die rheologischen Eigenschaften einer wässrigen Tonsuspension ausübt. Aus diesem Grunde ist es empfehlenswert, die Suspension des gebleichten Tons mit einem Salz zu vermischen, das ein Kation enthält, welches ein unlösliches Sulfat bildet. Für diesen Zweck sind Bariumsalze empfehlenswert, doch können unter gewissen Umständen auch Salze des Bleis, Strontiums, des einwertigen Quecksilbers des Calciums oder Silbers gleichfalls verwendet werden. Die Menge eines solchen Salzes, die zur Anwendung gelangt, beträgt zweckmäßig etwa 1 bis 10 Pfund Salz pro t trockenem Ton (0,4 bis 4,5 kg/t). Zweckmäßigerweise wird das Salz, welches das Kation, das ein unlösliches Sulfat zu bilden vermag, enthält,

erst zugegeben, nachdem die Phosphationen-Quelle mit den in Lösung befindlichen Ferroverbindungen reagiert hat. Das Salz wird dann mit der Suspension des gebleichten Tons etwa 15 weitere Minuten gerührt.

Die Tonsuspension, die wenigstens 35 Gew.% Feststoffe enthält und ein  $p_H$  von über 5,5 aufweist, wird vorzugsweise einer Teilchengrößen-Klassierung unterworfen, um die groben Partikel zu entfernen.

Die Tonsuspension wird der Teilchengrößen-Klassierung vorzugsweise unterworfen, ehe sie mit dem Bleichmittel behandelt wird, doch können technisch befriedigende Ergebnisse auch dann erhalten werden, wenn diese Reihenfolge umgekehrt wird oder wenn zwei Teilchengrößen-Klassierungen durchgeführt werden und zwar eine vor und eine nach der Behandlung mit dem Bleichmittel.

Bei der praktischen Durchführung der Teilchengrößen-Klassierung können die größten Partikel dadurch entfernt werden, daß man die Tonsuspension durch ein Sieb leitet, das in Schwingungen versetzt werden kann und das zweckmäßigerweise eine Maschenweite von etwa 40 bis 150  $\mu m$  aufweist. Abweichend hiervon oder nach dem Passieren des Siebes kann die Tonsuspension einer auf der Gravitation oder Zentrifugation beruhenden Sedimentation unterworfen werden, wobei sich die gröberen Partikel im Sediment ansammeln und die feineren Partikel in der Suspension verbleiben. Zweckmäßigerweise werden alle Partikel, die einen kugel-äquivalenten Durchmesser von über 10  $\mu m$  aufweisen, entfernt.

Bei einigen praktischen Ausgestaltungen der Erfindung kann es vorteilhaft sein, die Suspension auf eine Temperatur zu erwärmen, die so hoch ist, daß die Viskosität der Suspension weniger als 2 Poisen beträgt, worauf man dann die Suspension in

dem noch erwärmten Zustand der Teilchengrößen-Klassierung unterwirft.

Die Temperatur der Tonsuspension kann dadurch erhöht werden, daß man die Suspension beispielsweise durch einen Wärmeaustauscher leitet, ferner mit Hilfe von Dampfschlangen oder elektrischen Heizelementen, die in die Suspension eintauchen, durch Gas- oder Ölbrenner, die unter dem Behälter, in dem sich die Suspension befindet, angebracht sind, oder dadurch, daß man Wasserdampf direkt in die Suspension bläst. Die Temperatur, auf welche die Tonsuspension erhitzt wird, hängt von den Eigenschaften des Rohtons ab. Wenn der Rohton z.B. von Natur aus eine wässrige Suspension von verhältnismäßig niedriger Viskosität bei hohem Feststoffgehalt bildet, dann wird es nicht möglich sein, die Temperatur um mehr als einige wenige Grade zu erhöhen. In der Regel wird die Temperatur nicht über 65° C hinaus erhöht, da über diesen Temperaturpunkt hinaus die Verdampfung übermäßig stark wird und die Tonsuspension bei solchen Temperaturen schwer zu handhaben ist.

Die Viskosität einer Kaolinton-Suspension, die für die Zwecke der Papierbeschichtung fein genug ist, beträgt häufig etwa 3 Poisen oder mehr, und zwar gemessen mittels eines Brookfield-Viskosimeters bei Raumtemperatur und einem Feststoffgehalt von 70 Gew.%. Eine wirksame Teilchengrößen-Klassierung kann in einer Kaolinton-Suspension mit einer Viskosität dieser Größenordnung nicht durchgeführt werden. Es ist empfehlenswert, die Viskosität der Suspension auf einen Wert von etwa 1,2 bis etwa 1,8 zu bringen, gemessen mit einem Brookfield-Viskosimeter unter Verwendung einer Spindel Nr. 3 bei einer Geschwindigkeit von 200 Umdrehungen pro Minute.

Bei Temperaturen im Bereich von 50 bis 65° C tritt bereits eine beträchtliche Verdampfung von Wasser aus der Tonsuspension ein, wodurch der Feststoffgehalt erhöht wird. Arbeitet man bei

diesen höheren Temperaturen, dann kann die Anfangssuspension daher bei einem Feststoffgehalt gebildet werden, der um ein wenig niedriger ist als derjenige, der in der fertigen Suspension benötigt wird, und zwar unter Berücksichtigung der Erkenntnis, daß der Feststoffgehalt durch die Verdampfung von Wasser auf die erforderliche Höhe ansteigen wird. Als allgemeine Regel gilt also: je niedriger die Viskosität der Tonsuspension, desto schneller kann die entflokte Suspension durch die Zentrifuge geleitet werden, und dabei kann dennoch die erforderliche Herabsetzung des Gehalts an den scheuernden Partikeln erreicht werden.

Sofern man von einer Zentrifuge Gebrauch macht, kann diese vorzugsweise eine feste Becherzentrifuge (bowl centrifuge) mit Schneckenausstrag sein, wie sie in dem "Chemical Engineers' Handbook", 5. Auflage, von Robert H. Perry und Cecil H. Chilton, McGraw-Hill Book Co., New York (1973), auf den Seiten 19 bis 91, 19 bis 92 und 21 bis 49 beschrieben ist. Abweichend hiervon kann man auch eine absatzweise zu betreibende Becherzentrifuge anwenden, wie sie auf den Seiten 19 bis 93 des "Chemical Engineers' Handbook" beschrieben ist, oder es kann eine Tellerzentrifuge mit Düsenaustrag verwendet werden, wie sie auf den Seiten 19 bis 91 des besagten Handbuchs beschrieben ist.

Nach-dem der Ton der erwähnten Teilchengrößen-Klassierung unterworfen und mit einem Bleichmittel entsprechend der Lehre der vorliegenden Erfindung behandelt worden ist, kann er zweckdienlich in einen geeigneten Behälter gefüllt und versandt und verkauft werden.

Die vorliegende Erfindung soll durch die nachstehenden Beispiele näher erläutert werden.



Beispiel 15

Ein Rohkaolinton aus Warren County, Georgia, V.St.A., wird mit Wasser, das Dispergiermittel enthält, vermischt, um eine Suspension mit einem Gehalt an 69 Gew.% trockenem Kaolin zu bilden. Die verwendeten Dispergiermittel bestanden aus Tetranatriumpyrophosphat und einem Natriumpolyacrylat mit einem Zahlendurchschnitt des Molekulargewichts von 1650, und sie wurden im Verhältnis von 5 Gewichtsteilen Tetranatriumpyrophosphat zu 1 Teil Natriumpolyacrylat verwendet. Die Gesamtmenge der Dispergiermittel, die verwendet wurde, betrug 0,4 Gew.% kombinierte Dispergiermittel, bezogen auf das Trockengewicht des Kaolins. Das  $p_H$  wurde mit Natriumhydroxid auf 9,0 eingestellt, und der Rohton wurde in dem Wasser in einem Mischer dispergiert, der aus einem zylindrischen Gefäß von 450 mm Durchmesser und 450 mm Tiefe bestand, in dem ein Kreisel-mischer angeordnet war, der aus einem einzelnen Rundstab von 75 mm Länge und 9,5 mm Durchmesser bestand, der mit Hilfe eines Elektromotors von 1 PS in eine Drehgeschwindigkeit von 2 850 Umdrehungen pro Minute versetzt wurde.

Die dispergierte wässrige Kaolinsuspension wurde durch ein Maschensieb Nr. 100 der British Standard-Siebreihe (nominelle Maschenweite 150  $\mu m$ ) gegeben, um die größten Partikel zu entfernen und die gesiebte Suspension wurde in einer Zentrifuge mit Schneckenausstrag behandelt, in der die gröberen Partikel sedimentiert wurden und eine Suspension hinterblieb, die eine solche Teilchengrößen-Verteilung aufwies, daß 0,01 Gew.% aus Partikeln mit einem Durchmesser von über 50  $\mu m$ , 3 Gew.% aus Partikeln mit einem kugel-äquivalenten Durchmesser von über 10  $\mu m$  und 83 Gew.% aus Partikeln mit einem kugel-äquivalenten Durchmesser von unter 2  $\mu m$  bestanden. Diese Suspension wurde in eine Anzahl von Portionen unterteilt. Zwei dieser Portionen, die Portionen A und B, wurden dann in folgender Weise behandelt:

Portion A wurde auf einen Feststoffgehalt von etwa 15 Gew.% verdünnt und dann in 5 Portionen weiter unterteilt, die nach Einstellung des  $p_H$  der Suspension mit Schwefelsäure auf 2,8 in konventioneller Weise mit 0, 4, 6, 8 bzw. 10 Pfund Natriumdithionit (gemeint sind hier stets engl. Pfund) pro t trockenem Kaolin weiterbehandelt wurden. Nach 30 Minuten wurde das  $p_H$  jeder Portion mit Natriumhydroxid auf 4,2 eingestellt. Jede Portion wurde danach filtriert und der Filterkuchen bei  $80^{\circ} \text{C}$  getrocknet und dann in einer Maschine, wie man sie zum Mahlen von Kaffeebohnen benutzt, 30 Sekunden gemahlen, um die Probe für die Messung des Weißgrades zu gewinnen. Das Reflexionsvermögen des gemahlenen, gebleichten Kaolins gegenüber Licht der Wellenlängen 458 nm und 574 nm wurde dann mit Hilfe eines Elrepho-Weißgrad-Meßgeräts gemessen.

Portion B, deren Feststoffgehalt 69 Gew.% und deren  $p_H$  8,5 betrugen, wurde in 5 Portionen unterteilt, die mit einer 12,5 gew.-%-igen (Gewicht/Gewicht) Lösung von Natriumdithionit in Wasser behandelt wurden, wobei die Menge der besagten Lösung, die jeder Portion zugesetzt wurde, so bemessen war, daß die Portionen jeweils mit 0, 4, 6, 8 bzw. 10 Pfund Natriumdithionit pro t trockenem Kaolin behandelt wurden. Die Portionen der Suspension wurden von Hand gerührt, während die Natriumdithionitlösung zugegeben wurde, und sie wurden danach ungefähr 15 Stunden stehengelassen, ehe sie bei  $80^{\circ} \text{C}$  getrocknet, gemahlen und auf ihren Weißgrad getestet wurden, wie es oben beschrieben ist.

Die erhaltenen Ergebnisse sind in der nachstehenden Tabelle I zusammengestellt.

Tabelle I

Natrium- dithionit- menge (Pfund/t)	Portion A Reflexionsstärke gegen- über Licht der Wellen- länge		Portion B Reflexionsstärke gegen- über Licht der Wellen- länge	
	458 nm	574 nm	458 nm	574 nm
0	83,1	90,3	82,5	90,2
4	85,0	91,7	85,0	91,1
6	85,7	91,8	85,2	90,9
8	86,2	92,0	85,7	91,1
10	86,4	92,0	84,0	90,6

Die Ergebnisse belegen, daß die Verbesserung in Bezug auf die Aufhellung bzw. den Weißgrad, die nach dem erfindungsgemäßen Verfahren erzielt wird, innerhalb der Fehlergrenzen etwa jener vergleichbar ist, die nach der konventionellen Methode erreicht wird, wobei jedoch zu beachten ist, daß bei dem erfindungsgemäßen Verfahren die Notwendigkeit entfällt, große Mengen Wasser zusetzen zu müssen, die hernach durch Filtrieren und Trocknen in der Wärme wieder entfernt werden müssen.

Beispiel 2

Eine weitere Portion der Kaolinsuspension, die nach den Angaben in Beispiel 1 hergestellt worden war, wurde mit 8 Pfund Natriumdithionit pro t trockenem Kaolin nach der in Beispiel 1 für die Portion B beschriebenen Methode gebleicht, jedoch mit der Abänderung, daß die 12,5 gew.-%ige (Gewicht/Gewicht) Lösung des Natriumdithionits zugesetzt wurde, während der Kaolin so lebhaft gerührt wurde, daß Wirbelbildung entstand, und daß, nachdem das genannte Natriumdithionit zugesetzt worden war, die Geschwindigkeit des Rührers herabgesetzt wurde, bis der Wirbel gerade zusammenfiel, und mit dieser Geschwindigkeit wurde das Rühren 30 Minuten fortgesetzt. Die gebleichte Kaolinsuspension wurde dann bei 80° C getrocknet, gemahlen, und, wie oben beschrieben, auf ihren Weißgrad getestet. Das Reflexions-

vermögen des trockenen gebleichten Kaolins gegenüber Licht der Wellenlänge 458 nm betrug 86,6, und gegenüber Licht der Wellenlänge 574 nm betrug es 92,1.

### Beispiel 3

Weitere Portionen der nach den Angaben in Beispiel 1 hergestellten Kaolinsuspension wurden nach der in Beispiel 2 beschriebenen Methode gebleicht, wobei 8 Pfund Natriumdithionit pro t trockenem Kaolin verwendet wurden. Nachdem jede Portion mit Natriumdithionit behandelt und nach Beendigung der Natriumdithionit-Zugabe 30 Minuten gerührt worden war, wurden 8 Pfund Calciumorthophosphat pro t trockenem Kaolin jeder Portion zugesetzt, die dann weitere 15 Minuten gerührt wurde, und danach wurden den Portionen 0, 2, 4 bzw. 6 Pfund Bariumcarbonat pro t trockenem Kaolin zugesetzt, und jede Portion wurde zum Schluß 15 Minuten gerührt. Die Portionen wurden bei 80° C getrocknet, gemahlen und auf ihren Weißgrad, wie in Beispiel 1 beschrieben, getestet. Der Feststoffgehalt in Gew.% in einer vollständig entflockten wässrigen Suspension mit einer Viskosität von 5 Poisen bei 22° C wurde dann bei jeder Portion unter Verwendung eines Brookfield-Viskosimeters mit der Spindel Nr. 3 bei einer Drehgeschwindigkeit von 100 Umdrehungen pro Minute bestimmt.

Die erhaltenen Ergebnisse sind in der unten stehenden Tabelle II zusammengestellt.

Tabelle II

Zugesetzte Bariumcarbo- natmenge (Pfund/t)	Reflexionsstärke gegen- über Licht der Wellen- länge		Konzentration bei einer Viskosität von 5 Poisen bei 22° C (Feststoffgehalt in Gew.%)
	458 nm	574 nm	
0	86,2	91,5	70,4
2	86,2	91,4	70,5
4	86,3	91,4	70,7
6	86,2	91,3	71,9

Diese Ergebnisse veranschaulichen, daß die Zugabe von Bariumcarbonat keine nachteilige Wirkung auf den Weißgrad des Kaolins ausübt und eine Verbesserung der rheologischen Eigenschaften einer wässrigen Kaolinsuspension bewirkt.

Beispiel 4

Drei weitere Portionen der Kaolinsuspension, die nach den Angaben in Beispiel 1 hergestellt worden war, wurden in folgender Weise behandelt. Die erste Portion wurde ohne jede weitere Behandlung in eine Papierstreichmasse eingearbeitet und auf ein Rohpapier gestrichen, und es wurde der Weißgrad des beschichteten Papiers gemessen. Die zweite Portion wurde gemäß der in Beispiel 2 beschriebenen Methode gebleicht, wobei 8 Pfund Natriumdithionit pro t trockenem Kaolin verwendet wurden. Die dritte Portion wurde gemäß der in Beispiel 2 beschriebenen Methode gebleicht, wobei 8 Pfund Natriumdithionit pro t trockenem Kaolin verwendet wurden mit der Abänderung jedoch, daß nach Abschluß der Behandlung mit dem Natriumdithionit und einem 30 Minuten langen Rühren im Anschluß an die Zugabe des Natriumdithionits 10 Pfund Calciumorthophosphat pro t trockenem Kaolin zugesetzt wurden und die Suspension weitere 15 Minuten gerührt wurde. Danach wurden 4 Pfund Bariumcarbonat pro t trockenem Kaolin zugegeben, und die Suspension wurde zum Schluß 15 Minuten lang gerührt. Die zweite und dritte Portion wurden

dann in Papierstreichmassen eingearbeitet und mit ihnen wurde Rohpapier in der gleichen Weise wie mit der ersten Portion bestrichen.

Ehe jede Suspension in die Papierstreichmasse eingearbeitet wurde, wurde von jeder der Feststoffgehalt in Gew.% in einer vollständig entflockten wässrigen Suspension mit einer Viskosität von 5 Poisen bei 22° C bestimmt, wobei ein Brookfield-Viskosimeter mit der Spindel Nr. 3 bei einer Drehgeschwindigkeit von 100 Umdrehungen pro Minute verwendet wurde, und die Proben wurden bei 80° C getrocknet, gemahlen und auf ihren Weißgrad wie in Beispiel 1 getestet.

Jede Papierstreichmasse wurde gemäß der folgenden Formulierung hergestellt:

<u>Ingrediens</u>	<u>Gewichtsteile</u>
Trockener Ton	100
oxydierte Stärke	14
Calciumstearat	0,5
Wasser bis zu einem Gesamtfeststoffgehalt von etwa 60 Gew.%	
Natriumhydroxid bis zur Einstellung eines p <sub>H</sub> von 9 bis 10.	

Jede Streichmasse wurde auf ein Blatt Offset-Rohpapier, das 61 g/m<sup>2</sup> wog, gestrichen, wobei eine Labor-Glättschaber-Streichmaschine benutzt wurde, die mit einer <sup>Papier-</sup>Geschwindigkeit von 500 m/Min. betrieben wurde. Es wurden solche Muster des bestrichenen Papiers hergestellt, deren Beschichtungsgewicht größenordnungsmäßig etwa 8 bis 16 g/m<sup>2</sup> betrug. Jedes Muster wurde bei einer relativen Luftfeuchtigkeit von 50 % und einer Temperatur von 23° C 16 Stunden lang konditioniert, dann bei 65° C und einem Druck von 35,2 kg/cm<sup>2</sup> (500 psi) in 10 Passagen kalandert und vor dem Messen abermals konditioniert. Jedes Muster wurde in Bezug auf sein Reflexionsvermögen gegenüber Licht der Wellenlängen 458 nm und 574 nm getestet, und der

Wert für ein Beschichtungsgewicht von  $12 \text{ g/m}^2$  wurde durch Interpolieren ermittelt.

Es wurden auch die Viskosität und der Gesamtfeststoffgehalt jeder Papierstreichmasse gemessen. Die erhaltenen Ergebnisse sind in der unten stehenden Tabelle III zusammengestellt.

Tabelle III

Behandlung	Reflexionsstärke des trockenen Tons gegenüber Licht der Wellenlänge 458 nm	Reflexionsstärke des trockenen Tons gegenüber Licht der Wellenlänge 574 nm	Konzentration bei einer Viskosität von 5 Poisen bei 22° C (Feststoffgehalt in Gew.%)	Papierstreichmasse Visko- sität (Centi- poisen)	Fest- stoffe in Gew.%	Reflexionsstärke des beschichteten Papiers gegenüber Licht d. Wellenlänge 458 nm	Reflexionsstärke des beschichteten Papiers gegenüber Licht d. Wellenlänge 574 nm
ungebleicht	83,0	90,6	72,9	2280	61,4	72,1	82,7
nur mit Di- thionit ge- bleicht	86,2	91,1	67,3	5200	59,7	74,2	82,9
mit Dithio- nit plus Bariumcarbo- nat behan- delt	86,0	91,3	72,2	4600	61,6	74,2	83,4

000815/0825

2745274



Diese Ergebnisse veranschaulichen, daß die gebleichten Portionen ungefähr die gleiche Verbesserung in Bezug auf die Erhöhung des Weißgrades sowohl beim trockenen Ton als auch beim beschichteten Papier ergaben. Die mit Natriumdithionit allein gebleichte Portion verleiht jedoch sowohl einer wässrigen Suspension als auch einer Papierstreichmasse, die sie enthält, eine höhere Viskosität. Die Papierstreichmasse muß daher auf das Rohpapier mit einem niedrigeren Feststoffgehalt aufgebracht werden, mit dem Ergebnis, daß mehr Wasser durch Verdampfen unter Wärmeanwendung entfernt werden muß. Der Zusatz von Bariumcarbonat stellt die rheologischen Eigenschaften des gebleichten Tons wieder her.

#### Beispiel 5

Ein anderer Roh-Kaolin aus Warren County, Georgia, wurde in der in Beispiel 1 beschriebenen Weise zu einer wässrigen Suspension verarbeitet, und diese wurde nach Passieren eines Siebes Nr. 100 der British Standard-Siebreihe mit Hilfe von Gasbrennern, die unter dem Behälter angebracht werden, in dem sich die Suspension befand, auf eine Temperatur von  $31^{\circ}\text{C}$  erwärmt. Die erwärmte Suspension wies, wie festgestellt wurde, eine Viskosität von 1,35 Poisen auf, gemessen in einem Brookfield-Viskosimeter unter Verwendung einer Spindel Nr. 3 bei einer Rotationsgeschwindigkeit von 100 Umdrehungen pro Minute. Die erwärmte Suspension wurde dann in 4 Portionen unterteilt, die durch eine rotierende Laborzentrifuge mit Schneckenaus-  
trag gegeben wurden, und zwar mit Durchsatzgeschwindigkeiten von 0,5 gpm, 1 gpm, 2 gpm bzw. 3 gpm, wobei die größeren Partikel sedimentiert wurden und die feineren Partikel in der Suspension hinterblieben. (Die Abkürzung "gpm" bedeutet englische Gallonen (4,54 l) pro Minute). In jedem Fall wurden die Gew.-%-Gehalte an Partikeln in der die feinen Partikel enthaltenden Fraktion bestimmt, die einen kugel-äquivalenten Durchmesser von über  $10\text{ }\mu\text{m}$  und von unter  $2\text{ }\mu\text{m}$  aufwiesen, und die feineren Fraktionen wurden dann jeweils getrocknet, und es wurde ihr

Valley-Abriebwert (Valley abrasion) gemessen. Die erhaltenen Ergebnisse sind in der unten stehenden Tabelle IV zusammengestellt.

Tabelle IV

Durchsatz- geschwin- digkeit (gpm)	Fest- stoffe in Gew.%	Gew.% der Partikel, die größer kleiner sind als sind als 10/um 2/um		Valley- Abrieb- wert
unbehandelt	70,9	11	81	52
0,5	69,2	3	91	15
1	69,4	3	90	20
2	69,7	5	88	30
3	69,8	5	87	30

Diese Ergebnisse veranschaulichen, daß ein Produkt mit einem technisch akzeptablen Abriebwert (nicht über 30) erhalten werden kann, selbst wenn die Durchsatzgeschwindigkeit in der Laborzentrifuge mit Schneckenaustrag 3 gpm beträgt.

Die 4 Produkte, welche in der Zentrifuge behandelt worden waren, wurden kombiniert und gründlich miteinander vermischt und danach abermals in zwei Portionen A und B unterteilt.

Die Portion A wurde auf einen Feststoffgehalt von etwa 15 Gew.% verdünnt und ihr  $p_H$  wurde mit Schwefelsäure auf 2,8 herabgesetzt. Die Suspension wurde danach weiter in 5 Portionen unterteilt, die in konventioneller Weise mit 0, 4, 6, 8 bzw. 10 Pfund Natriumdithionit pro t trockenem Kaolin behandelt wurden. In jedem Fall wurde die Suspension 10 Minuten lang gerührt, und das  $p_H$  wurde danach mit Natriumhydroxid auf 4,5 eingestellt. Die Suspension des gebleichten Kaolins wurde dann filtriert, der Filterkuchen bei 80° C getrocknet, gemahlen und auf seinen

Weißgrad getestet.

Die Portion B, die einen Feststoffgehalt von 69,6 % und ein  $p_H$  von 8,5 aufwies, wurde weiter in 5 Portionen unterteilt, die nach der Lehre der vorliegenden Erfindung mit einer 12,5 gew.-%-igen (Gewicht/Gewicht) Lösung von Natriumdithionit in Wasser behandelt wurden, wobei die Natriumdithionitmenge, die jeder Portion zugefügt wurde, 0, 4, 6, 8 bzw. 10 Pfund pro t trockenem Kaolin betrug und die angewendete Mischmethode der in Beispiel 2 beschriebenen Methode entsprach. In jedem Fall wurde die gebleichte Kaolinsuspension bei 80° C getrocknet, gemahlen und auf ihren Weißgrad getestet. Die erhaltenen Ergebnisse sind in der unten stehenden Tabelle V zusammengestellt.

Tabelle V

Natrium- dithionit- menge (Pfund/t)	Portion A Reflexionsstärke gegen- über Licht der Wellen- länge		Portion B Reflexionsstärke gegen- über Licht der Wellen- länge	
	458 nm	574 nm	458 nm	574 nm
0	81,8	90,2	80,5	90,0
4	82,8	90,6	82,9	90,5
6	83,7	91,1	83,2	90,6
8	83,6	91,0	83,1	90,4
10	83,7	91,1	83,4	90,5

Beispiel 6

Ein Roh-Kaolin aus Wilkinson County, Georgia, wurde in der in Beispiel 1 beschriebenen Weise zu einer wässrigen Suspension verarbeitet, und die Suspension wurde, nachdem sie durch ein Sieb Nr. 100 der British Standard-Siebreihe gegeben worden war, auf eine Temperatur von 36° C erwärmt. Die erwärmte Suspension wies, wie festgestellt wurde, eine Viskosität von 1,44 Poisen auf, gemessen mit einem Brookfield-Viskosimeter unter Verwen-

dung einer Spindel Nr. 3 bei einer Drehgeschwindigkeit von 100 Umdrehungen pro Minute. Die erwärmte Suspension wurde dann in 4 Portionen unterteilt, die durch eine rotierende Laborzentrifuge mit Schnekenaustrag gegeben wurde, und zwar mit Durchsatzgeschwindigkeiten von 0,5 gpm, 1 gpm, 2 gpm bzw. 3 gpm, und die gröberen Partikel wurden sedimentiert, während die feineren Partikel in der Suspension verblieben. Es wurden die Gew.% der Partikel in der feinteiligen Fraktion mit einem kugel-äquivalenten Durchmesser von über 10  $\mu$ m bzw. von unter 2  $\mu$ m in jedem Fall bestimmt, und jede der feinerteiligen Fraktionen wurde danach getrocknet und ihr Valley-Abriebwert gemessen. Die erhaltenen Ergebnisse sind in der unten stehenden Tabelle VI zusammengestellt.

Tabelle VI

Durchsatz- geschwin- digkeit (gpm)	Fest- stoffe in Gew.%	Gew.% der Partikel, die größer kleiner sind als sind als 10 $\mu$ m 2 $\mu$ m		Valley- Abrieb- wert
unbehandelt	70,6	6	84	94
0,5	69,9	2	89	16
1	70,0	2	89	12
2	70,2	3	89	14
3	70,2	4	87	14

Die vier Produkte, die in der Zentrifuge behandelt worden waren, wurden kombiniert und gründlich miteinander vermischt und danach in 2 Portionen A und B unterteilt.

Die Portion A wurde auf einen Feststoffgehalt von etwa 15 Gew.% verdünnt, und das  $p_H$  wurde mit Schwefelsäure auf 2,8 herabgesetzt. Die Suspension wurde danach weiter in 5 Portionen unterteilt, die in konventioneller Weise mit 0, 4, 6, 8 bzw. 10 Pfund Natriumdithionit pro 100 lb. Fein Kaolin behandelt wurden.

In jedem Fall wurde die Suspension 30 Minuten gerührt, und das  $p_H$  wurde dann mit Natriumhydroxid auf 4,2 gebracht. Danach wurde die Suspension des gebleichten Kaolins filtriert und der Filterkuchen bei  $80^{\circ} \text{C}$  getrocknet, gemahlen und auf seinen Weißgrad getestet.

Die Portion B mit einem Feststoffgehalt von 68,7 % und einem  $p_H$  von 9,0 wurde weiter in 5 Portionen unterteilt, die nach der Lehre der vorliegenden Erfindung mit einer 12,5 gew.-%-igen (Gewicht/Gewicht) Lösung von Natriumdithionit in Wasser behandelt wurden, wobei die Natriumdithionitmenge, die jeder Portion zugesetzt wurde, 0, 4, 6, 8 bzw. 10 Pfund pro t trockenem Kaolin betrug und die Mischmethode angewendet wurde, die in Beispiel 2 beschrieben ist. In jedem Fall wurde die gebleichte Kaolinsuspension bei  $80^{\circ} \text{C}$  getrocknet, gemahlen und auf ihren Weißgrad getestet. Die erhaltenen Ergebnisse sind in der unten stehenden Tabelle VII zusammengestellt.

Tabelle VII

Natrium- dithionit- menge (Pfund/t)	Portion A Reflexionsstärke gegen- über Licht der Wellen- länge		Portion B Reflexionsstärke gegen- über Licht der Wellen- länge	
	458 nm	574 nm	458 nm	574 nm
0	82,4	90,8	80,7	89,7
4	85,3	92,1	84,5	91,2
6	85,3	91,9	84,5	91,0
8	85,4	92,2	85,3	91,1
10	85,0	91,8	85,4	91,2

Der Patentanwalt